

500137

BEST AVAILABLE COPY

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

10/500737

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

Rec'd PCT/PTO 06 JUN 2004

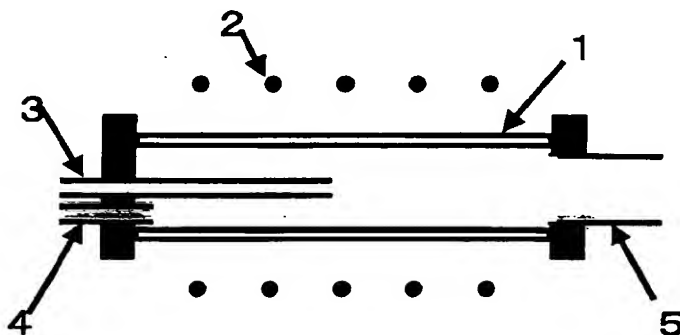
(43) 国際公開日
2003 年 7 月 24 日 (24.07.2003)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 03/059816 A1

- (51) 国際特許分類: C01B 33/113, G02B 1/10, H01L 21/316 // C23C 14/24, A23L 3/00, H01L 31/04
- (21) 国際出願番号: PCT/JP03/00158
- (22) 国際出願日: 2003 年 1 月 10 日 (10.01.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ: 特願2002-3226 2002 年 1 月 10 日 (10.01.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 電気化学工業株式会社 (DENKI KAGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒100-8455 東京都千代田区有楽町 1 丁目 4 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (73) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 今村 保男 (IMAMURA, Yasuo) [JP/JP]; 〒100-8455 東京都千代田区有楽町 1 丁目 4 番 1 号 電気化学工業株式会社内 Tokyo (JP). 野々垣 良三 (NONOGAKI, Ryozo) [JP/JP]; 〒194-8560 東京都町田市旭町 3 丁目 5 番 1 号 電気化学工業株式会社 中央研究所内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 泉名 謙治, 外 (SENMYO, Kenji et al.); 〒101-0042 東京都千代田区神田東松下町 3 8 番地 鳥本鋼業ビル Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM,

[続葉有]

(54) Title: HIGHLY PURE ULTRA-FINE SiO_x POWDER AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF(54) 発明の名称: 高純度・超微粉 SiO_x 粉及びその製造方法

(57) 要約:

(57) Abstract: A highly pure ultra-fine SiO_x powder, characterized in that it is represented by the formula: wherein x is 0.6 to 1.8, has a specific surface area of $10 \text{ m}^2/\text{g}$ or more and contains Na, Fe, Al and Cl in a total amount of 10 ppm or less; and a method for producing the above SiO_x powder which comprises reacting a monosilane gas with a gas capable of oxidizing the monosilane gas in a non-oxidizing gas atmosphere under a pressure of 10 to 1000 kPa at 500 to 1000°C. The amount of the non-oxidizing gas is preferably greater than that of the sum of the monosilane gas and oxygen participating in the oxidation of the monosilane gas.

比表面積が $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上、Na, Fe, Al, Cl の合計量が 10 ppm 以下の高純度・超微粉 SiO_x ($x=0.6 \sim 1.8$) 粉を提供する。この SiO_x 粉は、モノシランガスとモノシランガスの酸化性ガスとを圧力 10～1000 kPa の非酸化ガス雰囲気下、温度 500～1000℃ で反応させることにより製造できる。この場合、非酸化性ガス量は、モノシランガスとモノシランガスの酸化性ガスの酸化反応に与る酸素量との合計量よりも多くすることが好ましい。

WO 03/059816 A1



PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN,
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

添付公開書類:
— 国際調査報告書

- (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

高純度・超微粉 SiO_x 粉及びその製造方法

技術分野

本発明は、半導体の層間絶縁膜、ガスバリア膜、光学部品の保護膜等に用いる高純度・超微粉 SiO_x 粉及びその製造方法に関する。

背景技術

SiO_x 粉はその高い蒸気圧を利用し、食品包装用フィルムや光学部品に SiO_x 膜の蒸着膜を形成させるための蒸着原料として用いられている。たとえば、水蒸気、酸素ガスの透過を防止して食品の劣化を防ぐため、食品包装用フィルムに SiO_x 膜からなるガスバリア膜を形成する原料に用いられている。

従来、 SiO_x 粉の製造方法としては、シリカと金属シリコン及び／又は炭素とを含む混合原料を、少なくとも $8 \times 10^4 \text{ Pa}$ 以上の非窒化性雰囲気下で高温処理して SiO 含有ガスを生成させ、それを $1000^\circ\text{C}/\text{秒}$ 以下の冷却速度で冷却する方法（特開 2001-158613 号公報）、 SiO_2 粉末を不完全燃焼炎中で加熱して Si 蒸気を発生させ、それを亜酸化する方法（特開平 5-213606 号公報）等、が知られている。

このような従来法で SiO_x 粉の高純度化を行うには、原料の調製から製品の捕集までの間に不純物が混入しないようにしなければならない。しかしながら、原料の高純度化には精製等の特殊処理が必要となる問題がある。また、原料を加熱して SiO 蒸気又は Si 蒸気を発生させるには、 $1500 \sim 2000^\circ\text{C}$ 程度での高温操作が必要となる。この場合、たとえ、高純度原料を用いても、炉材等から Na 、 Al 、 Mg 、 Ca 、 Fe 等の不純物が混入し、高純度 SiO_x 粉を製造することが困難である。

発明の開示

本発明は、上記状況に鑑み、高純度・超微粉 SiO_x 粉を提供することを目的とする。該目的は、以下の要旨を有する本発明によって達成することができる。

(1) 式、 SiO_x ($x = 0.6 \sim 1.8$) で表わされ、比表面積が $10 \text{ m}^2 /$

g以上であり、かつNa、Fe、AlおよびClの合計の含有量が10ppm以下であることを特徴とする高純度・超微粉状のSiO_x粉。

(2) 式、SiO_x (x=0.9~1.6) で表わされる(1)に記載のSiO_x粉。

(3) 比表面積が50m²/g以上であり、かつNa、Fe、AlおよびClの合計含有量が5ppm以下である(1)または(2)に記載のSiO_x粉。

(4) モノシランガスとモノシランガスの酸化性ガスとを、圧力10~1000kPaの非酸化性ガス雰囲気下で、温度500~1000℃で反応させることを特徴とする(1)~(3)のいずれかに記載の高純度・超微粉状のSiO_x粉の製造方法。

(5) 非酸化性ガスの量が、モノシランガス量とモノシランガスの酸化性ガスの酸化反応に与る酸素量との合計量よりも、モル比で2倍以上である(4)に記載の製造方法。

(6) モノシランガスの酸化性ガスが酸素、空気、NO₂、CO₂またはH₂Oである(4)または(5)に記載の製造方法。

(7) 非酸化性ガスが、アルゴンまたはヘリウムである(4)、(5)または(6)に記載の製造方法。

(8) 圧力50~300kPaの非酸化ガス雰囲気下で、かつ温度500~1000℃で反応させる(4)~(7)のいずれかに記載の製造方法。

(9) 上記(1)~(3)のいずれかに記載のSiO_x粉から形成された半導体装置の層間絶縁膜、太陽電池のガスバリア膜、食品包装用フィルムのガスバリア膜または光学部品の保護膜。

図面の簡単な説明

図1： 本発明の実施例に用いた反応装置の概略図

符号の説明

- 1 反応容器
- 2 ニクロム線ヒーター
- 3 酸化性ガス導入管
- 4 モノシランガス導入管
- 5 排出管

発明を実施するための形態

以下、更に詳しく本発明を説明すると、本発明は、原料にモノシランガスを用いることによって、低温反応が可能となるので、従来法におけるような炉材等からの不純物混入を極限まで低下させることができ、その結果、生成する SiO_x 粉の高純度化と超微粉化が可能となるものである。

本発明において、モノシラン(SiH_4)ガスは市販品を用いることができる。モノシランガスは、塩素を構成成分としていない点でトリクロルシラン等のシラン系ガスよりも優れている。また、モノシランの酸化性ガス(以下、単に「酸化性ガス」という。)としては、酸素ガス、空気の他に、モノシランに対して酸化性を有する例えば NO_2 、 CO_2 、 H_2O 等のガスを用いることができる。これらの酸化性ガスには、不純物が極限まで除去されていることが好ましい。

モノシランガスと酸化性ガスの反応は、圧力 $10 \sim 1000 \text{ kPa}$ の非酸化性ガス雰囲気下、温度 $500 \sim 1000^\circ\text{C}$ で行わせる。圧力が 10 kPa 未満であると、生成した SiO_x 膜が反応容器壁面に付着成長し、排出部を閉塞するので長期操作が容易でなくなる。また、 1000 kPa をこえると、反応装置の耐圧を高めるのに大がかりな設備が必要となるうえ、不純物が増加する傾向となる。好ましい圧力は、 $50 \sim 300 \text{ kPa}$ である。

一方、反応場の温度が 500°C 未満であると SiO_2 が主として生成し、また 1000°C をこえると Si が生成すると共に、炉材等からの不純物がより多く混入する恐れが高くなり、いずれの場合も高純度・超微粉 SiO_x 粉の製造が困難となる。好ましい反応温度は $550 \sim 950^\circ\text{C}$ 、特に好ましくは $650 \sim 850^\circ\text{C}$ である。反応時間(モノシランガスと酸化性ガスの両ガスの反応容器内での滞留時間)は、 $0.2 \sim 1$ 秒であることが好ましい。

本発明において、モノシランガスと酸化性ガスの反応は、非酸化性ガスの存在下で行われる。これによって、生成した SiO_x 粉の容器壁への付着がより少なくなる。非酸化性ガスとしては、アルゴン、ヘリウムのような不活性ガスが最適であるが、反応を妨げない範囲で、 H_2 、 N_2 、 NH_3 、 CO 等を用いることもできる。酸化性ガスとして空気を用いた場合には、空気が N_2 と O_2 とを含むので、非酸化性ガスと酸化性ガスの両方を用いることになる。

非酸化性ガスの量は、モノシランガス量と酸化性ガスの酸化反応に与る酸素量との合計量よりも多くすることが好ましく、モル比で2倍以上、特に10倍以上

であることが好ましい。ここで、酸化性ガスの酸化反応に与る酸素量とは、たとえば空気の場合には、それに含まれる酸素量であり、 NO_2 と CO_2 の場合は、そこから遊離される酸素原子一個分の酸素量であり、また H_2O の場合は、それを構成する酸素原子分の酸素量である。

反応容器としては、石英ガラス等の高純度材料で製作されたものの使用が好ましい。その形状は、底付きのコップ形状とすることもできるが、管状が好ましくその向きは縦型設置、横型設置のいずれであっても良い。反応容器の加熱方式については、抵抗加熱発熱体、高周波加熱、赤外輻射加熱等の手段を用いることができる。

反応容器内で生成した SiO_x 粉は、非酸化性ガス及び副生ガスと共に系外に排出され、バグフィルター等の粉末回収装置から回収される。

本発明の製造方法においては、モノシランガスと酸化性ガスの比率を変えることによって、 SiO_x における x 値の異なる SiO_x 粉が製造される。本発明の SiO_x 粉の x 値が0.6～1.8の範囲外であると、蒸着速度が低下するので蒸着温度をあげる必要があり、望ましくはない。好ましい x 値は0.9～1.6である。 x 値は、 SiO_x 粉中の Si モル量をJIS-R6124（炭化けい素質研削材の化学分析）に準じて測定し、また酸素モル量をO/N同時分析装置（例えばLECO社「TC-136」）を用いて測定し、それらのモル比から算出することができる。

本発明の高純度・超微粉 SiO_x 粉の比表面積が $10\text{ m}^2/\text{g}$ 以上である。比表面積が $10\text{ m}^2/\text{g}$ 未満であると蒸着開始温度が低くなる。好ましい比表面積は $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以上、特に好ましくは $55\sim100\text{ m}^2/\text{g}$ である。また、 SiO_x 粉中の Na 、 Fe 、 Al および Cl の合計含有量は 10 ppm 以下である。 Na 、 Fe 、 Al および Cl の合計含有量が 10 ppm をこえると、層間絶縁膜やリチウムイオン電池の負極活物質等に用いた場合に絶縁不良、腐食の原因となる。上記合計の含有量は、好ましくは 5 ppm 以下、特に好ましくは 3 ppm 以下である。これらの不純物は、ICP等の発光分析法によって測定することができる。また、 SiO_x 粉は、重量平均粒子径として、好ましくは $1\sim300\text{ nm}$ 、特に好ましくは $1\sim50\text{ nm}$ であるのが好適である。

本発明の高純度・超微粉 SiO_x 粉の用途は、半導体装置の層間絶縁膜、太陽

電池のガスバリア膜、食品包装用フィルムのガスバリア膜、光学部品の保護膜を形成させるための蒸着原料等である。

実施例

以下、実施例、比較例をあげて更に具体的に本発明を説明する。

実施例 1～13 比較例 1～4

モノシランガス、アルゴンガス、酸素ガス（いずれも、純度 ≥ 99.999 質量％）を用意し、それぞれのガスを質量流量計を通じて石英ガラス製反応容器（内径40mm×長さ800mm）に導入した。モノシランガスは、アルゴンガスと混合し、石英ガラス製のモノシランガス導入管4（内径5mm）を通して反応容器1の低温部に吹き出すようにし供給した。また酸素ガスは石英ガラス製の酸化性ガス導入管3（内径5mm）を通して反応容器中央部付近の高温部に供給し、反応容器中央部で反応させるようにした（図1参照）。

反応容器1は、その外周を巻回させたニクロム線ヒーター2に通電を行い、所定の反応温度（表1参照）に保たれるように加熱されている。温度調整は、反応容器の中央部中心に設置された熱電対で測温し、ニクロム線ヒーターの電力を制御して行った。

反応容器内の圧力は、多くの実験では大気圧下とほぼ同等の 100 ± 10 kPaで実施した。反応容器内の大気圧未満の減圧は、排出側に設けた真空ポンプで減圧しつつバルブの開度を調節することによって行った。また、大気圧をこえる加圧は、反応容器の外側にステンレス製容器をかぶせ2重構造にして行った。この際、ニクロム線ヒーターとステンレスの間には繊維質断熱材を埋め込むと共に、反応容器とステンレス容器の間には、反応容器内の圧力と同等になるようにアルゴンガスを導入し、反応容器の内外でのガス圧を均衡させた。

生成した SiO_x 粉は、副生ガス、アルゴンガスと共に、排出管5から排出され、途中に設けられたバグフィルターで回収された。回収粉末について、 SiO_x 粉の x 値、比表面積、不純物を測定した。それらの結果を表1に示す。

反応容器内の圧力を5 kPaとした比較例3では、少量の生成物しか回収できず、大部分が反応容器の排出部に付着していた。また、回収物の色調も実施例で得られた薄茶色ないしは茶褐色に対し白いものであった。一方、反応容器内の圧力を1200 kPaに高めた比較例4では、比表面積、純度ともに目的とするものが得られなかった。

実 験 条 件										実 験 結 果							
反応温度	反応圧力	モノシラン	アルゴン	酸化性ガス系	酸素	アルゴン	ガス量	ガス混合比		x値	比表面積	不純物量					
℃	kPa	L/分	L/分	L/分	L/分	L/分	L/分	モノシラン / 酸素	非酸化性ガス比※1			m ² /g	Na	Al	Cl	Fe	
比較例 1	427	103	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	1.9	80	1.2	0.5	0.8	1.1	3.6	
実施例 1	527	103	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	1.7	76	1.2	0.7	1.2	0.5	3.6	
実施例 2	627	103	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	1.2	75	1.5	0.9	1.0	0.3	3.7	
実施例 3	727	103	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	1.0	71	1.8	1.2	2.0	1.0	6.0	
実施例 4	827	103	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	0.9	59	2.1	1.6	2.5	1.2	7.4	
実施例 5	927	103	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	0.7	42	2.5	3.2	2.4	0.8	8.9	
比較例 2	1027	103	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	0.3	22	3.0	4.1	3.5	3.1	13.7	
実施例 6	727	103	2.40	2.00	6.00	6.00	16.40	0.40	1.0	0.7	12	1.0	2.4	2.1	1.1	6.6	
実施例 7	727	103	0.38	11.50	0.96	4.80	17.64	0.40	12	0.8	18	0.9	1.8	1.9	0.8	5.4	
実施例 8	727	103	0.24	14.40	0.60	3.00	18.24	0.40	21	0.9	31	1.5	1.9	2.3	0.7	6.4	
実施例 9	727	103	0.11	11.10	0.28	7.00	18.49	0.39	46	1.3	91	1.2	2.2	2.1	1.2	6.7	
実施例 10	727	103	0.16	15.84	0.20	2.00	18.20	0.80	50	0.6	62	0.8	1.6	1.8	1.1	5.3	
実施例 11	727	103	0.16	15.84	0.80	4.00	20.80	0.20	21	1.6	38	1.4	1.2	2.2	0.9	5.7	
比較例 3	727	5	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	1.9	95	0.9	0.7	1.0	0.3	2.9	
実施例 12	727	20	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	1.4	74	1.5	1.6	1.2	0.7	5.0	
実施例 13	727	700	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	0.8	15	2.1	2.4	2.1	1.0	7.6	
比較例 4	727	1200	0.16	15.84	0.40	2.00	18.40	0.40	32	0.7	3	6.2	3.8	2.9	5.2	18.1	

* 1 : 非酸化性ガス比 = (アルゴンガス量) / (モノシランガス量 + 酸素ガス量)

表1から、本発明の製造方法によって初めて本発明の高純度・超微粉 SiO_x ($x=0.6\sim1.8$) が製造されることが分かる。

産業上の利用可能性

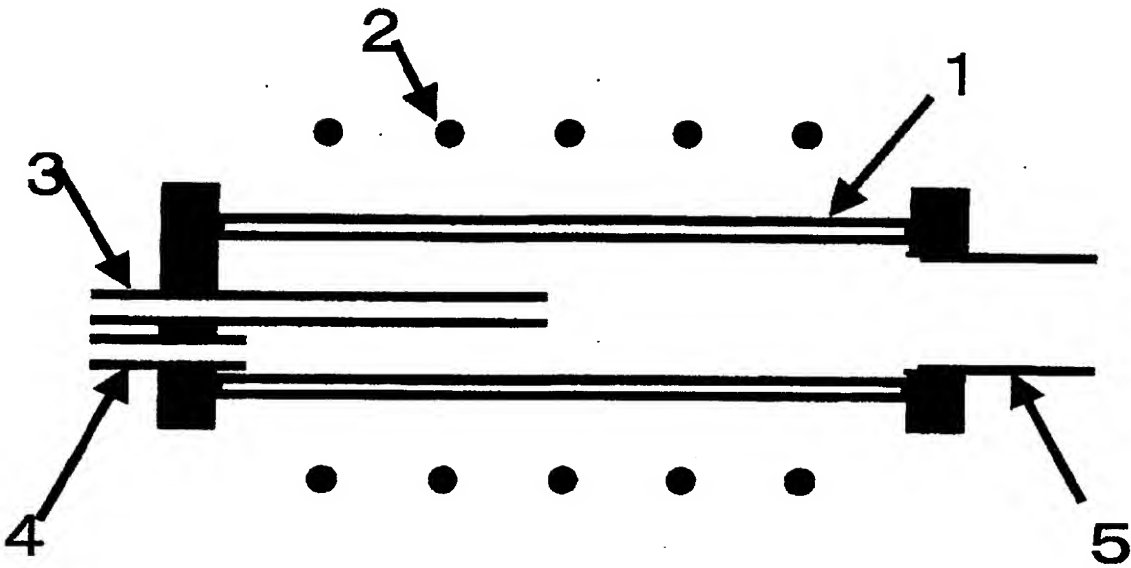
本発明によれば、比表面積が $10\text{ m}^2/\text{g}$ 以上、 Na 、 Fe 、 Al および Cl の合計含有量が 10 ppm 以下の高純度・超微粉 SiO_x ($x=0.6\sim1.8$) 粉が提供される。本発明の高純度・超微粉 SiO_x 粉は、半導体の層間絶縁膜、プラスチック液晶パネル、アモルファス太陽電池のガスバリア膜、食品包装用フィルム of ガスバリア膜等を製造する際の蒸着材料や、リチウムイオン電池の負極活物質として用いることができる。本発明の製造方法によれば、上記高純度・超微粉 SiO_x 粉を容易に製造することができる。

請求の範囲

1. 式、 SiO_x ($x=0.6\sim1.8$) で表わされ、比表面積が $10\text{ m}^2/\text{g}$ 以上であり、かつ Na、Fe、Al および Cl の合計の含有量が 10 ppm 以下であることを特徴とする高純度・超微粉状の SiO_x 粉。
2. 式、 SiO_x ($x=0.9\sim1.6$) で表わされる請求項 1 に記載の SiO_x 粉。
3. 比表面積が $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以上であり、かつ Na、Fe、Al および Cl の合計含有量が 5 ppm 以下である請求項 1 または 2 に記載の SiO_x 粉。
4. モノシランガスとモノシランガスの酸化性ガスとを、圧力 $10\sim1000\text{ kPa}$ の非酸化性ガス雰囲気下で、温度 $500\sim1000^\circ\text{C}$ で反応させることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の高純度・超微粉状の SiO_x 粉の製造方法。
5. 非酸化性ガスの量が、モノシランガス量とモノシランガスの酸化性ガスの酸化反応に与る酸素量との合計量よりも、モル比で 2 倍以上である請求項 4 に記載の製造方法。
6. モノシランガスの酸化性ガスが酸素、空気、 NO_2 、 CO_2 または H_2O である請求項 4 または 5 に記載の製造方法。
7. 非酸化性ガスが、アルゴンまたはヘリウムである請求項 4、5 または 6 に記載の製造方法。
8. 圧力 $50\sim300\text{ kPa}$ の非酸化ガス雰囲気下で、かつ温度 $500\sim1000^\circ\text{C}$ で反応させる請求項 4～7 のいずれかに記載の製造方法。
9. 請求項 1～3 のいずれかに記載の SiO_x 粉から形成された半導体装置の層

間絶縁膜、太陽電池のガスバリア膜、食品包装用フィルムのガスバリア膜または光学部品の保護膜。

図 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP03/00158

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ C01B33/113, G02B1/10, H01L21/316 // C23C14/24, A23L3/00,
H01L31/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C01B33/113-C01B33/193

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CA(STN), JSTPlus(JOIS)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2001-199716 A (Denki Kagaku Kogyo Kabushiki Kaisha), 24 July, 2001 (24.07.01), Full text (Family: none)	1-9
A	JP 2001-89125 A (Shin-Etsu Quartz Products Co., Ltd), 03 April, 2001 (03.04.01), Full text (Family: none)	1-9
A	JP 2001-226112 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 21 August, 2001 (21.08.01), Full text (Family: none)	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

05 April, 2003 (05.04.03)

Date of mailing of the international search report

22 April, 2003 (22.04.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ C01B33/113, G02B1/10, H01L21/316//C23C14/24,
A23L3/00, H01L31/04

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ C01B33/113 - C01B33/193

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2003年
日本国登録実用新案公報 1994-2003年
日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CA (STN), JSTPlus (JOIS)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2001-199716 A (電気化学工業株式会社)2001. 07. 24, 全文参照 (ファミリーなし)	1-9
A	JP 2001-89125 A (信越石英株式会社)2001. 04. 03, 全文参照 (ファ ミリーなし)	1-9
A	JP 2001-226112 A (信越化学工業株式会社)2001. 08. 21, 全文参照 (ファミリーなし)	1-9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

05. 04. 03

国際調査報告の発送日

22.04.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

増山 淳子

4G 9830

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.